

POWERED BY **Dialog**

**4-(dichlorobenzoyl)-1,3-methyl-5-methoxy-pyrazole derivs. - used as herbicide and miticide**  
**Patent Assignee: NIHON NOYAKU CO LTD**

**Patent Family**

Patent Number	Kind	Date	Application Number	Kind	Date	Week	Type
JP 59088470	A	19840522	JP 82198973	A	19821115	198426	B

**Priority Applications (Number Kind Date):** JP 82198973 A ( 19821115)

**Patent Details**

Patent	Kind	Language	Page	Main IPC	Filing Notes
JP 59088470	A		9		

**Abstract:**

JP 59088470 A

Pyrazole deriv. of formula (I) is new. In (I) R1 is lower alkyl, cyano, -COOR3, -COR4; R3 is lower alkyl or benzyl; R4 is lower alkyl or phenyl; R2 is -COOR3, CON(R4)2, phenyl opt. substd. by 1-2 halogen atoms or lower alkyl groups, phenoxy opt. substd. by 1-3 halogen atoms). Prodn. of (I) compsn. reacting (II) with X-C(R1)H-R2 (where M is H or alkali metal, X is halogen atom) in a solvent e.g. diethylether, THF or benzene, and pref. in presence of base e.g. NaOH, KOH, sodium carbonate, potassium carbonate, triethylamine, pyridine, etc.

(I) is effective in the control of annual and perennial weeds in paddy field, upland, orchard, etc., and shows the excellent herbicidal effect to weeds before germination or at the early growth stage. Further, it can be used as miticide.

0/0

Derwent World Patents Index

© 2001 Derwent Information Ltd. All rights reserved.

Dialog® File Number 351 Accession Number 4017046



04

(18)

⑨ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭59—88470

⑤ Int. Cl.<sup>3</sup>  
C 07 D 231/20  
A 01 N 43/56

識別記号

庁内整理番号  
7133—4C  
7215—4H

⑬ 公開 昭和59年(1984)5月22日

発明の数 2  
審査請求 未請求

(全 9 頁)

⑭ ピラゾール誘導体及び除草、殺ダニ剤

⑯ 発明者 蜂谷陽一

橋本市城山台1丁目15番地の9

⑰ 特 願 昭57—198973

⑰ 発明者 今埜隆道

⑱ 出 願 昭57(1982)11月15日

河内長野市本多町5—6—301

⑲ 発明者 安藤亘治

⑲ 発明者 陽川昌範

西宮市仁川百合野町7—20

大阪市阿倍野区松虫通1丁目7—26

⑳ 発明者 秋田孝幸

㉑ 出 願 人 日本農業株式会社

寝屋川市国守町334番地の1 A7—103

東京都中央区日本橋一丁目2番5号

㉒ 発明者 篠谷邦宏

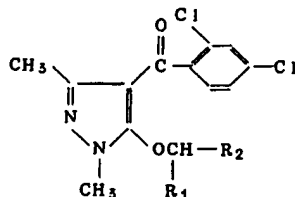
寝屋川市国守町334番地の1

## 明 細 書

1 発明の名称 ピラゾール誘導体及び除草、殺ダニ剤

## 2 特許請求の範囲

(1) 一般式(I)

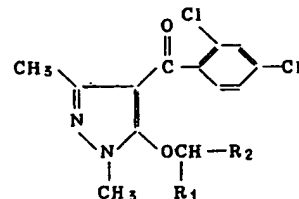


(I)

〔但し式中  $R_1$  は低級アルキル基、シアノ基、 $-\text{COOR}_3$  ( $R_3$  は低級アルキル基又はベンジル基を示す。)、 $-\text{C}(=\text{O})\text{R}_4$  ( $R_4$  は低級アルキル基又はフェニル基を示す。))を示し、 $R_2$  は $-\text{COOR}_3$ — $\text{CON}(\text{R}_4)_2$  ( $R_4$  はアルケニル基を示す。))フェニル基、1乃至2個のハロゲン原子又は低級アルキル基で置換

された置換フェニル基、フェノキシ基及び1乃至3個のハロゲン原子で置換されたフェノキシ基を示す。〕で表わされるピラゾール誘導体。

(2) 一般式(II)



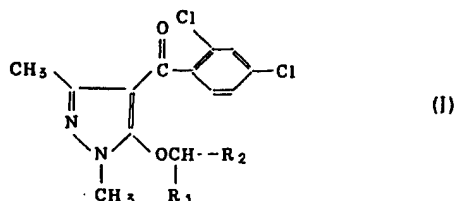
(II)

〔但し式中  $R_1$  は低級アルキル基、シアノ基、 $-\text{COOR}_3$  ( $R_3$  は低級アルキル基又はベンジル基を示す。)、 $-\text{C}(=\text{O})\text{R}_4$  ( $R_4$  は低級アルキル基又はフェニル基を示す。))を示し、 $R_2$  は $-\text{COOR}_3$ — $\text{CON}(\text{R}_4)_2$  ( $R_4$  はアルケニル基を示す。))フェニル基、1乃至2個のハロゲン原子又は低級アルキル基で置換された置換フェニル基、フェノキシ基及び1乃至3個のハロゲン原子で置換されたフェノキシ基を示す。〕で表わされるピラゾール誘導体

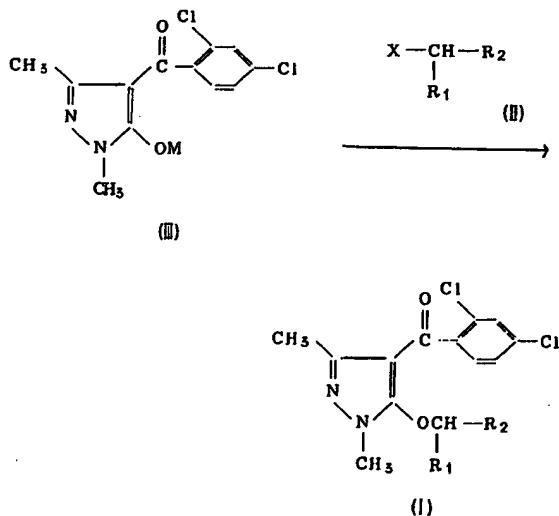
を有効成分として含有することを特徴とする除草、殺ダニ剤。

### 3 発明の詳細な説明

本願発明は一般式(I)



[但し式中  $R_1$  は低級アルキル基、シアノ基、 $-\text{COOR}_3$  ( $R_3$  は低級アルキル基又はベンジル基を示す。)、 $-\text{C}(=\text{O})\text{R}_4$  ( $R_4$  は低級アルキル基又はフェニル基を示す。)を示し、 $R_2$  は $-\text{COOR}_3$ 、 $-\text{CON}(\text{R}_4)_2$  ( $R_4$  はアルケニル基を示す。)フェニル基、1乃至2個のハロゲン原子又は低級アルキル基で置換された置換フェニル基、フェノキシ基及び1乃至3個のハロゲン原子で置換されたフェノキシ基を示す。]で表わされるピラゾール誘導体



(但し、式中Mは水素原子又はアルカリ金属を、Xはハロゲン原子を示す。 $R_1$ 、 $R_2$ は前記に同じ。)

を有効成分として含有することを特徴とする除草、殺ダニ剤に関する。

特開昭50-128630号、特開昭54-

41872号及び特開昭54-70269号等に種々のピラゾール誘導体が開示され除草剤として有用であると記載されている。

本願発明者等はさらに除草活性が強く、稗に対して安全で多種の雑草に対して除草活性を示す化合物を探索研究を重ねた結果、一般式(I)で表わされるピラゾール誘導体が文献未記載の新規化合物であり、優れた除草活性を有することを見出し本発明を完成させたものである。

更には、本発明化合物は意外にもダニ類に対して優れた殺ダニ活性をも有するものである。

本発明化合物の合成法としては例えば図式的に示すと

上記反応は一般式(II)で表わされる化合物と一般式(III)で表わされる化合物とを溶媒の存在下で好適に行なわれ、使用できる溶媒としては本反応を阻害しないものであれば良く、特に限定されるものではないが、例えばジエチルエーテル、テトラヒドロフラン、ジオキサン等のエーテル類；ベンゼン、トルエン、キシレン等の芳香族炭化水素類；ジクロロメタン、クロロホルム、四塩化炭素などのハロゲン化炭化水素類；ジメチルホルムアミド、ジエチルホルムアミド等の低級脂肪酸アミド類；水；ジメチルスルオキシド等を挙げることができる。これらは単独で、又は混合物として使用することができる。

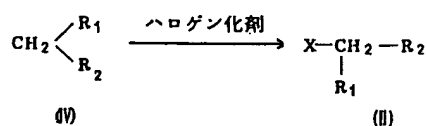
本発明は塩基の存在下又は不存在下で反応を進行させることができる。使用できる塩基としては無機塩基でも有機塩基でも良く、例えば無機塩基としては水酸化ナトリウム、水酸化カリウム等のアルカリ金属水酸化物；炭酸ナトリウム、炭酸カリウム等のアルカリ金属炭酸塩等；有機塩基としてはトリエチルアミン、ジメチル

アニリン、ピリジン等が挙げられるがこれらに限定されるものではない。

反応温度は0℃乃至溶媒の沸点温度の範囲で行なわれるが好ましくは室温前後で反応を行うとよい。

反応時間は反応温度、使用される試薬によって異なるが1乃至24時間の範囲から適宜選択すれば良い。

又、本発明化合物を合成するための原料である一般式(II)で表わされる化合物を合成する方法は、例えば図式的に示すと

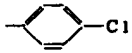


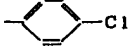
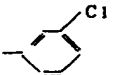
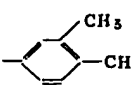


(但し式中、 $\text{R}_1$ 、 $\text{R}_2$ は前記に同じ、 $\text{X}$ はハロゲン原子を示す。)

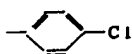
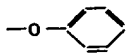
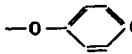

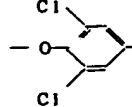


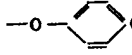

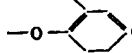
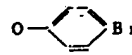
即ち、一般式(II)で表わされる化合物は公知の方法で一般式(I)で表わされる化合物に適当なハロ

一般式(I)で表わされる化合物の代表例を第1表に示すがこれらに限定されるものではない。

第 1 表

化合物 No.	$\text{R}_1$	$\text{R}_2$	物性(融点℃性状)
1	$\text{CH}_3$		油状物
2	$\text{i-C}_3\text{H}_7$		"
3	$\text{CN}$		"
4	$\text{CN}$		"
5	$\text{CN}$		"
6	$\text{CN}$		"
7	$\text{COCH}_3$	$\text{COOCH}_3$	"
8	$\text{COCH}_3$	$\text{COOC}_4\text{H}_9-\text{n}$	$n_D^{18}$ 1.5327

ゲン化剤を反応させれば良い。(Org. Synth. Collect. Vol. 1, 245; ibid. Vol. 4, 592; ibid. Vol. 3, 347)

9	$\text{COCH}_3$	$\text{CON}(\text{CH}_2\text{CH}=\text{CH}_2)_2$	油状物
10	$\text{COCH}_3$		"
11	$\text{COC}(\text{CH}_3)_3$		115.6℃
12	$\text{COC}(\text{CH}_3)_3$		油状物
13	$\text{COC}(\text{CH}_3)_3$		"
14	$\text{COC}(\text{CH}_3)_3$		120.7℃
15	$\text{CO}$ 	$-\text{COOCH}_3$	$n_D^{18}$ 1.5522
16	$\text{CO}$ 		油状物
17	$\text{CO}$ 		"
18	$\text{COOCH}_3$	$\text{COOCH}_3$	"
19	$\text{COOC}_2\text{H}_5$	$\text{COOC}_2\text{H}_5$	$n_D^{25}$ 1.5297
20	$\text{COOC}_2\text{H}_5$		油状物

21	COOC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>		油状物
22	COOC <sub>4</sub> H <sub>9-n</sub>		n <sub>D</sub> <sup>18</sup> 1.5152
23	COOCH <sub>2</sub>	COOCH <sub>2</sub>	11.17℃

以下に油状物として示された化合物の NMR のデータの代表例を第 2 表に挙げる。

第 2 表

化合物 No.	CDC13 TMS (ppm)
1	1.57 (d, 3H), 1.83 (s, 3H), 3.23 (s, 3H), 5.33 (q, 1H), 7.00~7.37 (m, 7H)
3	1.73 (s, 3H), 3.53 (s, 3H), 6.63 (s, 1H), 7.13~7.77 (m, 10H)
4	1.73 (s, 3H), 3.53 (s, 3H), 6.63 (s, 1H), 7.13~7.77 (m, 10H)
7	1.75 (s, 3H), 2.48 (s, 3H), 3.83 (s, 6H), 6.10 (s, 1H), 7.33 (m, 2H), 7.47 (s, 1H)
9	1.70 (s, 3H), 2.33 (s, 3H), 3.38 (s, 3H), 3.67~4.17 (m, 4H), 4.83~6.13 (m, 6H), 6.47 (s, 1H), 7.20 (s, 2H), 7.40 (s, 1H)

に発生)、ヨモギ(キク科多年生草。山野、畑地に発生)、メヒシバ(イネ科1年生草、畑、樹園地の代表的強害草)、ギンギン(タデ科多年生草。畑地、道ばたに発生)、コゴメガヤツリ(カヤツリグサ科1年生草、畑地、道ばたに発生)、アオビユ(ヒエ科1年生草。空地、道ばた、畑地に発生)等の水田、畑、樹園地、湿地等に発生する1年生及び多年生草を防除する作用を有する。

本発明除草剤は、出芽前及び発生始期にある雑草に対してすぐれた防除作用を示すことから、有用植物の植付け予定地にあらかじめ処理するとか、有用植物の植付け後(有用植物が樹園の如く既に定植されている場合を含む)雑草の発生始期までに処理するとか、また有用植物の播種後、作物の発生前に処理すれば一層本発明除草剤の有する特徴ある生理活性を効果的に発現させることができる。しかし本発明除草剤がこのような態様に於いてのみ使用されねばならないというものではなく、例えば本発明除草剤は、

10	1.77 (s, 3H), 2.40 (s, 3H), 3.63 (s, 3H), 6.47 (s, 1H), 6.77~7.50 (m, 7H)
18	1.85 (s, 3H), 3.85 (s, 3H), 3.92 (s, 6H), 6.05 (s, 1H), 7.35 (s, 2H), 7.50 (s, 1H), 1.33 (t, 3H), 1.80 (s, 3H), 3.70 (s, 3H), 4.30 (q, 2H), 6.60 (s, 1H), 6.90 (d, 2H), 7.40 (d, 2H)
20	

本発明除草剤は水田用除草剤として出芽前及び出芽後処理で選択性を有しイネに対しても被害の少ない除草剤であり、また畑においても出芽後処理で全ての草に対して有用な除草剤である。例えばノビエ(タイヌビエの俗称。イネ科1年生草。水田の代表的強害草)、コナギ(ミズアオイ科1年生草。水田の強害草)、タマガヤツリ(カヤツリグサ科1年生草。水田の害草)、マツバイ(カヤツリグサ科多年生草。湿地、水路、水田に発生。水田の代表的多年生害草)、ウリカワ(オモダカ科。水田、湿地、沼に発生する多年生害草)、ホタルイ(カヤツリグサ科多年生草。水田、湿地、沼に発生)、エンバク(イネ科越年生草。平地、荒地、畑地

水田の中期除草剤としても使用することができるだけでなく、一般雑草の除草剤としても使用することができる。例えば刈取地、休耕田、畦畔、農道、水路、牧草造成地、墓地、公園、道路、運動場、建物周辺の空地、開墾地、雑草地、森林等の一般雑草の防除のために使用することもできる。この場合、雑草の発生始期までに処理するのが、経済的にも効果的であるが、必ずしもそれにこだわらない。

ところで、除草剤として使用する場合、雑草製剤上の常法に従い使用上都合のよい形状に製剤して使用するのが一般的である。

即ち上記化合物は、これを適当な不活性な担体に、要するなら補助剤と一緒に、適当な割合に配合して、溶解、分散、懸濁、混合、含浸、吸着若しくは付着させ適宜の剤型、例えば懸濁液、乳剤、溶液、水和剤、粉剤、粒剤、錠剤等に製剤すればよい。

活性成分の配合は必要に応じて加減し得る。粉剤或いは粒剤とする場合は通常0.5~2.0%

(重量)、また乳剤或いは水和剤とする場合は、0.1~50%(重量)が適当である。

本発明除草剤は各種雑草を枯殺し若しくは生育を抑制または有用植物を雑草害から保護するために、そのまま、または水等で適宜に希釈し若しくは懸濁させた形で殺草若しくは生育抑制に有効な量を、当該雑草にまたは当該雑草の発生若しくは生育を好ましくない場所に茎葉または土壤に適用して使用する。

本発明除草剤の使用量は種々の因子、例えば目的、対象雑草、雑草または作物の発生/生育状況、雑草の発生傾向、天候、環境条件、剤型、施用方法、施用場所、施用時期等によつて変動する。

本発明除草剤を選択的除草剤として単用する場合には、例えば本発明除草剤の投薬量を10アール当り10~500g(有効成分)の割合から選ぶのが適当であるが本発明除草剤を他の除草剤と混用する場合には、多くの場合、単用の場合よりも低薬量で有効となることを考慮すべ

ば本発明化合物の投薬量は更に少ない薬量範囲から選択されることも可能である。

本発明除草剤はとりわけ畑の発芽前若しくは発生始期の処理剤として又は水田の初期乃至中期除草剤として価値が高いが、更に防除対象草種、防除適期の拡大のため或いは薬量の減量をはかるために他の除草剤と混合使用することも可能である。

このような他の除草剤としては、2-メチルチオ-4,6-ビスエチルアミノ-1,3,5-トリアジン; 2-クロル-4,6-ビスエチルアミノ-1,3,5-トリアジン; 2-メトキシ-4-エチルアミノ-6-イソプロピルアミノ-1,3,5-トリアジン; 2-クロル-4-エチルアミノ-6-イソプロピルアミノ-8-トリアジン; 2-メチルチオ-4,6-ビス(イソプロピルアミノ)-8-トリアジン; 2-メチルチオ-4-エチルアミノ-6-イソプロピルアミノ-8-トリアジン等のトリアジン系除草剤。2,4-ジクロロフェノキシ酢酸及びそのエステル; 2-

クロル-4-メチルフェノキシ酢酸; エチル2-メチル-4-クロロフェノキシブチレート等のフェノキシ系除草剤。2,4,6-トリクロルフェニル-4'-ニトロフェニルエーテル; 2,4-ジクロロフェニル-4'-ニトロフェニルエーテル; 2,4-ジクロロ-3'-メトキシ-4'-ニトロフェニルエーテル等のジフェニルエーテル系除草剤。3-(3,4-ジクロロフェニル)-1-メトキシ-1-メチルウレア; 3-(4-クロロフェニル)-1,1-ジメチルウレア; 1-(2-クロロフェニルスルホニル)-3-(4-メトキシ-6-メチル-1,3,5-トリアジン-2-イル)ウレア; 1-( $\alpha,\alpha$ -ジメチルベンジル)-3-(p-トリル)ウレア等の尿素系除草剤。3-メトキシカルボニルアミノフェニル-N-(3-メチルフェニル)カーバメート; イソプロピル-N-(3-クロロフェニル)カーバメート; メチル-N-(3,4-ジクロロフェニル)カーバメート等のカーバメート系除草剤。S-(4-クロルベンジル)N,N-ジエチルチオールカーバメ

ート; S-エチルN-シクロヘキシル-N-エチルチオールカーバメート; S-エチルN,N-ヘキサメチレンチオールカーバメート; S-エチル-N,N-ジノルマルプロピルチオールカーバメート等のチオールカーバメート系除草剤。1,1'-ジメチル-4,4'-ビスビリジリウムジクロライド等のビリジリウム塩系除草剤。N-(ホスホメチル)グリシン; S-2-メチルビペリジノルカルボニルメチルO,O'-ジプロピルホスホロジチオエート; O-エチルO-(5-メチル-2-ニトロフェニル)-1-メチルプロピルホスホアミドチオエート; O,O'-ジイソプロピルS-2-フェニルスルホニルアミノエチルホスホロジチオエート等の有機リン系除草剤。 $\alpha,\alpha,\alpha$ -トリフルオロ-2,6-ジニトロ-N,N-ジプロピル-p-トリルイジン; 4-(メチルスルホニル)-2,6-ジニトロ-N,N-ジプロピルアニリン等のアニリン系除草剤。2-クロル-2',6'-ジエチル-N-(ブトキシメチル)アセトアニリド; N-n-プロポキシエチル-

2,6-ジエチル- $\alpha$ -クロロアセトアニリド;  
N-( $\alpha,\alpha$ -ジメチルベンジル)- $\alpha$ -ブromo-  
ヒューチルアセトアミド; 3,4-ジクロロプロ  
ピオンアニリド等の酸アミド系除草剤。5-ヒ  
ューチル-3-(2,4-ジクロロ-5-イソプロポ  
キシフェニル) 1,3,4-オキサジアゾリン-2-  
オン; 2-[N-イソプロピルN-(4-クロ  
ロフェニル)カルバモイル]-4-クロル-5-  
メチル-4-イソキサゾリン-3-オン; 3-  
イソプロピル-ベンゾ-2-チア-1,3-ジア  
ジノン(4)-2,2-ジオキシド; 3-(2-メ  
チルフエノキシ)ピリダジン等があげられるが、  
これらに限られるものではない。

又、本発明化合物は各種ダニ類を殺滅し、ま  
たは植物を各種ダニ類の攻撃から保護するため  
にも有用である。

以下に本発明の実施例、試験例及び処方例の  
若干を示すが、本発明はこれらに限定され  
るものではない。

ロホルムで抽出する。溶媒を留去した後、シ  
リカゲルカラムクロマトで精製し、目的物  
0.76gを油状物として得る。

収率 50%

NMRスペクトルデータ

CDCl <sub>3</sub>	1.85 ppm(S, 3H), 3.85 (S, 3H),
TMS	3.92 (S, 6H), 6.05 (S, 1H),
	7.35 (S, 2H), 7.50 (S, 1H)

実施例 2 5-( $\alpha$ -シアノ- $\alpha$ -クロロベン  
ジルオキシ)-4-(2,4-ジクロロベンゾイル)-  
1,3-ジメチルピラゾール(化合物45)

$\alpha$ -クロロベンジルシアニド 7.58g (0.5  
モル)を100℃に加熱し、ブrom 8.8g (0.5  
モル)を滴下する。滴下後30分間放冷し、  
反応液にベンゼンを加え水洗する。溶媒を乾  
燥後減圧留去し蒸留すると $\alpha$ -ブromo- $\alpha$ -  
クロロベンジルシアニド 9.0gを得る。

b.p. 105~110℃/7 mmHg

1,3-ジメチル-4-(2,4-ジクロロベンゾ  
イル)-5-ヒドロキシピラゾールのナトリ

実施例 1 4-(2,4-ジクロロベンゾイル)-  
1,3-ジメチル-5-ビス(メトキシカルボニ  
ル)メトキシピラゾール(化合物46)

マロン酸ジメチルエステル 3.0g (0.23モル)  
を四塩化炭素 100mlに溶解しブrom 1.0gを  
加えタングステンランプで光照射する。ブrom  
の赤色が消失した後ブrom 3.60gを滴下  
する。滴下後1時間加熱還流を行う。反応終  
了後反応液を5%炭酸水素ナトリウム水溶液  
及び水で洗浄する。乾燥後溶媒を減圧留去し  
蒸留すると $\alpha$ -ブromoマロン酸ジメチルエス  
テル 3.78gを得る。

b.p. 110~115℃/25 mmHg 収率 79%

1,3-ジメチル-4-(2,4-ジクロロベンゾ  
イル)-5-ヒドロキシピラゾールのカリウ  
ム塩 1.2g (0.0037モル)をジメチルスルオキ  
シド 5mlに溶解し、上記で得られた $\alpha$ -ブrom  
マロン酸ジメチルエステル 0.8g (0.0038  
モル)を加え、室温にて6時間攪拌する。反  
応終了後反応液を水に注加し、目的物をクロ

ウム塩 1.0g (0.003モル)をDMF 5mlに溶解  
し、上記で得られた $\alpha$ -シアノ- $\alpha$ -クロロ  
ベンジルブrom 0.76g (0.0033モル)を加  
え、室温下3時間攪拌する。反応後反応液を  
水に注入しクロロホルムにて抽出した後、シ  
リカゲルカラムクロマトで精製し目的物  
0.68gを得た。

収率 52%

実施例 3 4-(2,4-ジクロロベンゾイル)-  
1,3-ジメチル-5-(3,3-ジメチル-  
1-フェノキシ-2-オキソ-1-ブトキシ)ピ  
ラゾール(化合物46)

1,3-ジメチル-4-(2,4-ジクロロベンゾ  
イル)-5-ヒドロキシピラゾールのカリ  
ウム塩 0.8g (0.0025モル)をテトラヒドロフ  
ラン 10mlに溶解し、3,3-ジメチル-1-  
フェノキシ-1-ブromo-2-ブタンオン  
0.76g (0.0028モル)を加え室温下2時間攪拌す  
る。反応終了後反応液に酢酸エチルを加え水  
洗し、乾燥後溶媒を減圧留去し残査をエーテ



ルより再結すると目的物1.2gを得る。

m.p. 115.6℃ 収率90%

実施例4 4-(2,4-ジクロロベンゾイル)-1,3-ジメチル-5-(1-フェニル-2-メチルプロポキシ)ピラゾール(化合物162)  
1,3-ジメチル-4-(2,4-ジクロロベンゾイル)-5-ヒドロキシピラゾールのナトリウム塩1.0g(0.0033モル)をDMF 5 mlに溶解しα-イソプロピルベンジルブロマイド0.7g(0.0033モル)を加え、室温下3時間攪拌する。反応終了後反応液を水に注入し、クロロホルムにて抽出した後シリカゲルカラムクロマトにて精製すると目的物0.3gを油状物として得る。

収率22%

実施例5 4-(2,4-ジクロロベンゾイル)-1,3-ジメチル-5-(α-p-ブロモフェノキシ-エトキシカルボニルメトキシ)ピラゾール(化合物1620)

3: 80%以上90%未満殺草

2: 70%以上80%未満殺草

1: 60%未満殺草

結果を第3表に示す。

第3表

化合物	有効成分量 (g/a)	出芽前処理効果				
		ノビエ	コナギ	タマガヤツリ	ホタルイ	ウリカワ
1	30	3	5	5	5	4
2	30	4	5	5	5	4
3	30	5	5	5	5	5
4	30	5	5	5	5	4
5	30	5	5	5	5	4
6	30	5	5	5	5	5
7	30	2	4	5	2	3
8	30	2	4	5	2	3
9	30	5	5	5	5	5
10	30	5	5	5	5	5
11	30	5	4	5	2	4
12	30	5	5	5	5	5

実施例1のα-ブロモマロン酸ジメチルエステルにかえてα-グロモ-α-p-ブロモフェノキシ酢酸エチルエステルを使用し同様に付た。

収率99%

NMR データ CDC1<sub>3</sub>(ppm)  
TMS

1.33(t, 3H), 1.80(s, 3H), 3.70(s, 3H),  
4.30(q, 2H), 6.60(s, 1H), 6.90(d, 2H),  
7.40(d, 2H)

試験例1 出芽前の水田雑草に対する効果

1万分の1アールポットに土壌をつめ水田状態にして、水田雑草であるノビエ、コナギ、タマガヤツリ、ホタルイ、ウリカワの種子を出芽前(Pre)となるように調整した。

これに有効成分の所定量をビペットで添加処理した。処理21日後に、無処理と比較してそれぞれ、除草効果を調査し、次の基準で判定を行なった。

除草活性の判定基準

5: 100%殺草

4: 90%以上100%未満殺草

13	30	4	5	5	3	3
14	30	3	4	5	2	3
15	30	5	5	5	3	4
16	30	5	5	5	3	4
17	30	5	5	5	3	4
20	30	5	5	5	4	5
21	30	5	4	5	3	3
対照A	30	3	4	5	3	5
B	30	4	5	5	3	4

注; 対照Aは特開昭50-126830号記載の4-(2,4-ジクロロベンゾイル)-1,3-ジメチルピラゾール-5-イル-p-トルエンホルネートを、Bは1,3-ジメチル-4-(2,4-ジクロロベンゾイル)-5-ヒドロキシピラゾールを供試した。

試験例2 出芽後の水田雑草に対する効果

1万分の1アールポットに土壌を入れ、水田状態にして、下記薬期の有害雑草を生育させた。更に薬剤処理の前日に2.5薬期の水稻苗(品種: 日本晴)を移植し、薬剤を処理した。

処理21日後に無処理と比較して除草効果

及び水稻に対する被害の程度を調査した。

特開 59-88470(8)  
第 4 表

供試雑草種及びその葉期：

ノビエ 1 葉期  
コナギ 2 ~ 3 葉期  
タマガヤツリ 1 ~ 2 葉期  
ホタルイ 2 ~ 3 葉期  
ウリカワ 3 葉期

被害の判定基準

H : 大 (枯死を含む。)

M : 中

L : 小

N : 無

除草活性の判定基準は試験例 1 に準ずる。結果を第 4 表に示す。

化合物	有効成分量 (g/a)	出 芽 後 処 理 効 果					被害イネ
		ノビエ	コナギ	タマガヤツリ	ホタルイ	ウリカワ	
1	30	4	4	5	3	3	N
2	30	2	3	5	2	2	N
3	30	5	5	5	4	5	N
4	30	5	5	5	3	3	N
5	30	4	5	5	2	3	N
6	30	4	5	5	3	5	N
7	30	2	4	3	2	2	N
8	30	2	3	3	2	2	N
9	30	4	4	5	3	3	N
10	30	4	5	5	3	5	N
11	30	2	2	2	1	2	N
12	30	5	5	4	4	5	N
13	30	4	4	3	2	2	N
14	30	2	2	2	2	2	N
15	30	2	4	3	2	4	N
16	30	4	5	5	2	4	N
17	30	3	2	2	1	2	N

20	30	5	5	5	3	5	N
21	30	4	2	2	2	2	N
対照 A	30	2	3	2	2	3	N
B	30	3	5	4	2	2	L

注；対照 A，B は試験例 1 に同じ。

又、本願発明化合物は 16, 3, 4, 5, 14 及び 20 はハダニに対し殺虫活性を有し、特に 16, 3, 4 及び 5 はナミハダニに対し、又 16, 14 及び 15 はミカンハダニに対し 200 ppm で優れた効果を示す。

処方例 1

本発明化合物 1 50 部  
クレー・ホワイトカーボンの混合物 45 部  
ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル  
サルフェートアンモニウム塩 5 部

以上を均一に混合粉碎してなる水和剤

処方例 2

本発明化合物 8 5 部  
ペントナイト・クレーの混合物 90 部  
リグニンスルホン酸カルシウム 5 部

以上を均一に混合粉碎し適量の水を加えてよく混練し造粒してなる粒剤

処方例 3

本発明化合物 18 50 部  
キシレン 40 部  
ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル  
とアルキルベンゼンスルホン酸カルシウムとの混合物 10 部

以上を均一に混合してなる乳剤

## 処方例 4

本発明化合物 2 2	50部
クレー・ホワイトカーボンの混合物	45部
ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル サルファートアンモニウム塩	5部
以上を均一に混合粉碎してなる水和剤	

## 処方例 5

本発明化合物	5部
1-(2-クロロフェニルスルホニル)-3- (4-メトキシ-6-メチル-1,3,5-トリ アジン-2-イル)ウレア	89.75部
ベントナイト・クレーの混合物	0.25部
リグニンスルホン酸カルシウム	5部

以上を均一に混合粉碎し適量の水を加えてよ  
く混練し造粒してなる粒剤

## 処方例 6

本発明化合物	5部
N-( $\alpha,\alpha$ -ジメチルベンジル)- $\alpha$ -プロモ -ヒープチルアセトアミド	6部
ベントナイト・クレーの混合物	84部
リグニンスルホン酸カルシウム	5部

## 処方例 9

本発明化合物	5部
S-2-メチルビベリジノカルボニルメチル O,O-ジプロピルホスホロジチオエート	5部
ベントナイト・クレーの混合物	85部
リグニンスルホン酸カルシウム	5部

以上を均一に混合粉碎し適量の水を加えてよ  
く混練し造粒してなる粒剤

## 処方例 10

本発明化合物	5部
O-エチル O-(5-メチル-2-ニトロ フェニル) 1-メチルプロピルホスホロアミド チオエート	7部
ベントナイト・クレーの混合物	83部
リグニンスルホン酸カルシウム	5部

以上を均一に混合粉碎し適量の水を加えてよ  
く混練し造粒してなる粒剤

## 処方例 11

本発明化合物	5部
O,O-ジイソプロピルS-2-フェニル ホニルアミノエチルホスホロジチオエート	8部

以上を均一に混合粉碎し適量の水を加えてよ  
く混練し造粒してなる粒剤

## 処方例 7

本発明化合物	5部
2-クロル-2',6'-ジエチル-N- (ブトキシメチル)アセトアニリド	3部
ベントナイト・クレーの混合物	87部
リグニンスルホン酸カルシウム	5部

以上を均一に混合粉碎し適量の水を加えてよ  
く混練し造粒してなる粒剤

## 処方例 8

本発明化合物	5部
N-n-プロポキシエチル-2,6-ジエチル - $\alpha$ -クロルアセトアニリド	3部
ベントナイト・クレーの混合物	87部
リグニンスルホン酸カルシウム	5部

以上を均一に混合粉碎し適量の水を加えてよ  
く混練し造粒してなる粒剤

ベントナイト・クレーの混合物	82部
リグニンスルホン酸カルシウム	5部

以上を均一に混合粉碎し適量の水を加えてよ  
く混練し造粒してなる粒剤

## 処方例 12

本発明化合物	5部
S-エチル N,N-ヘキサメチレンチオカーバ メート	8部
ベントナイト・クレーの混合物	82部
リグニンスルホン酸カルシウム	5部

以上を均一に混合粉碎し適量の水を加えてよ  
く混練し造粒してなる粒剤

## 処方例 13

本発明化合物	5部
1-( $\alpha,\alpha$ -ジメチルベンジル)-3- (p-トリル)ウレア	7部
ベントナイト・クレーの混合物	83部
リグニンスルホン酸カルシウム	5部

以上を均一に混合粉碎し適量の水を加えてよ  
く混練し造粒してなる粒剤

